

Doc. 1-1 on ss 4 from WPIL using MAX

©Derwent Information

**Paste of alkyl sulphate or alkenyl sulphate - has better flow, by addn. of nonionic surfactant comprising e.g. alkyl- and/or alkenyl-polyethylene glycol ether(s), etc.**

**Patent Number : DE4105851**

International patents classification : C11D-001/14 C11D-001/83 C11D-001/72

• **Abstract :**

DE4105851 A Aq. pastes of alkyl sulphates and/or alkenyl sulphates of formula  $R_1-O-SO_3X$ , with 30-70 wt.% solids, are treated with a nonionic surfactant comprising (a) alkyl- and/or alkenyl-polyethylene glycol ethers, (b) alkyl- and/or alkenyl-polypropylene glycol ether, (c) alkyl- and/or alkenyl-polypropylene glycol-ethylene glycol ethers, (d) alkyl- and/or alkenyl-glycosides, (e) mixed ethers and/or (f) hydroxy mixed ethers, when the viscosity of the pastes is brought to a max. of 15,000 mPa.s at 55 deg.C. Where  $R_1 = 10-22C$  alk(en)yl;  $X =$  alkali(ne earth) metal.  
ADVANTAGE - The pastes have better flow, can be pumped without risk of chemical breakdown, and can be sprayed without plumbing. The washing, rinsing and cleaning properties of the pastes are not harmed. Homogeneous slurries of washing compsns. can be prep (Dwg.0/0)  
EP-573448 B A process for the production of alkyl and/or alkenyl sulphate pastes having improved flow properties, characterised in that to aqueous pastes of alkyl and/or alkenyl sulphates which correspond to formula (I):  $R_1O-SO_3X$  (I) where  $R_1$  is an alkyl and/or alkenyl radical containing 10 to 22 carbon atoms and  $X$  is alkali metal or alkaline earth metal, and which have a solids content of 30 to 70% by weight, the alkyl and/or alkenyl sulphate pastes being adjusted to a viscosity of at most 15,000 mPa.s at 55 deg.C. (Brookfield, spindle 6, 20 r.p.m.) is added at least one nonionic surfactant selected from the group consisting of (a) alkyl polyethylene glycol ethers corresponding to formula (II):  $R_2O-(CH_2CH_2O)_nH$  (II) in which  $R_2$  is a linear  $C_{12/14}$  and/or  $C_{12/18}$  alkyl radical and  $n$  is a number of 2 to 7, (b) alkyl polypropylene glycol esters corresponding to formula (III): in which  $R_3$  is a linear alkyl radical containing 10 to 18 carbon atoms and  $m$  is a number of 1 to 4, (c) mixed ethers and/or (d) hydroxy mixed ethers. (Dwg.0/0)

• **Publication data :**

Patent Family : DE4105851 A 19920827 DW1992-36 C11D-001/14 7p \* AP: 1991DE-4105851 19910225  
WO9214809 A1 19920903 DW1992-38 C11D-001/83 Ger 26p  
AP: 1992WO-EP00330 19920217 DSNW: JP KR US DSRW: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LU MC NL SE  
EP-573448 A1 19931215 DW1993-50 C11D-001/83 Ger FD:  
Based on WO9214809 AP: 1992EP-0903962 19920217; 1992WO-EP00330 19920217 DSR: AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE  
JP06505042 W 19940609 DW1994-27 C11D-001/83 6p FD:  
Based on WO9214809 AP: 1992JP-0503988 19920217; 1992WO-EP00330 19920217  
EP-573448 B1 19950614 DW1995-28 C11D-001/83 Ger 10p FD:  
Based on WO9214809 AP: 1992EP-0903962 19920217; 1992WO-EP00330 19920217 DSR: AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE  
DE59202552 G 19950720 DW1995-34 C11D-001/83 FD: Based on EP-573448; Based on WO9214809 AP: 1992DE-5002552 19920217; 1992EP-0903962 19920217; 1992WO-EP00330 19920217  
ES2073288 T3 19950801 DW1995-37 C11D-001/83 FD: Based on EP-573448 AP: 1992EP-0903962 19920217  
Priority n° : 1991DE-4105851 19910225  
Covered countries : 18  
Publications count : 7  
Cited patents : EP-116905; EP-259741; EP--84154; JP57187399; JP61042597; WO8602943; WO9104313 2.Jnl.Ref; 02Jnl.Ref

• **Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (HENK ) HENKEL KGAA  
Inventor(s) : KISCHKEL D; SCHMID K; SYLDATH A

• **Accession codes :**

Accession N° : 1992-293311 [36]  
Sec. Acc. n° CPI : C1992-130399

• **Derwent codes :**

Manual code : CPI: A12-W12C D11-A07  
D11-D04 E07-A02D E07-A02H E10-A07  
E10-A09A E10-E04M3 E10-E04M4  
Derwent Classes : A25 A97 D25 E19

• **Update codes :**

Basic update code :1992-36  
Equiv. update code :1992-38; 1993-50;  
1994-27; 1995-28; 1995-34; 1995-37

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Off nlegungsschrift  
⑩ DE 41 05 851 A 1

⑤1 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
**C 11 D 1/14**  
C 11 D 1/72  
// (C 11 D 11/04, 1:14,  
1:72, 17:06)

②1 Aktenzeichen: P 41 05 851.8  
②2 Anmeldetag: 25. 2. 91  
④3 Offenlegungstag: 27. 8. 92

DE 41 05 851 A 1

⑦1 Anmelder:  
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

⑦2 Erfinder:  
Syldath, Andreas, Dr., 4000 Düsseldorf, DE; Schmid,  
Karl, Dr., 4020 Mettmann, DE; Kischkel, Ditmar, 4019  
Monheim, DE

⑤4 Verfahren zur Herstellung von Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten mit verbesserter Fließfähigkeit

⑤7 Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten mit verbesserter Fließfähigkeit lassen sich durch Zusatz von mindestens einem nichtionischen Tensid ausgewählt aus der Gruppe, die gebildet wird von  
a) Alkyl- und/oder Alkenylpolyethylglycolether,  
b) Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycolether,  
c) Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycol-ethylenglycolether,  
d) Alkyl- und/oder Alkenylglykoside,  
e) Mischether und/oder  
f) Hydroxymischether  
herstellen, wobei sich eine Viskosität der Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten von höchstens 15000 mPa·s bei 55°C einstellt.

DE 41 05 851 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten mit verbesserter Fließfähigkeit durch Zusatz von nichtionischen Tensiden als Viskositätsminderer.

- 5 Anionische Tenside vom Typ der Alkyl- und Alkenylsulfate, insbesondere solche, die Alkyl- oder Alkenylreste mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen enthalten, zeigen ausgezeichnete Detergenseigenschaften und eignen sich zur Herstellung von Hasch-, Spül- und Reinigungsmitteln.

Der technische Einsatz von Alkyl- und/oder Alkenylsulfaten, insbesondere zur Herstellung von pulverförmigen Haschmitteln, ist bislang begrenzt, da schon die Lagerung und der Transport von wäßrigen Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten mit schwerwiegenden Problemen verbunden ist. So weisen Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten mit Feststoffgehalten von 30 bis 70 Gew.-% bei Umgebungstemperatur eine so hohe Viskosität und eine so starke Fließanomalie (Rheopexie) auf, daß ein Umfüllen oder Umpumpen praktisch unmöglich ist. Ein Vermischen der Pasten mit weiteren Haschmittelinhaltsstoffen führt zudem zu weitgehend inhomogenen Slurries, die nicht ohne Probleme weiterverarbeitet werden können.

- 15 Als Ausweg könnte sich anbieten, die Pasten auf eine ausreichend hohe Temperatur zu erhitzen und auf diesem Wege fließfähig zu machen. Da sich Alkyl- und/oder Alkenylsulfate jedoch schon bei Temperaturen um 80°C zu zersetzen beginnen, ist eine Lagerung unter diesen Bedingungen nur bei sorgfältigster pH-Kontrolle und gegebenenfalls Zusatz von Alkali möglich.

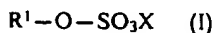
Auch die Alternative, die Viskosität von Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten durch Verdünnen mit Wasser soweit herabzusetzen, daß ein Umpumpen möglich wird, ist unvorteilhaft, da ein überflüssiger Massentransport bei der Sprühtrocknung der Pasten zur Herstellung von pulverförmigen Produkten mit einem zu hohen Energieaufwand verbunden wäre.

In der Vergangenheit ist das Problem der hohen Viskosität wäßriger Anionensid-Pasten Gegenstand einer Vielzahl von Untersuchungen gewesen. Stellvertretend soll an dieser Stelle auf die deutsche Patentanmeldung DE 37 18 896 A1 verwiesen werden, in der die Verwendung von alkoxylierten Alkoholen als Viskositätsminderer für Alkylbenzolsulfonat-Pasten vorgeschlagen wird.

Gemäß der Lehre der europäischen Patentschrift EP 01 16 905 B1 kann die Viskosität von Alkylarylsulfat-, alpha-Sulfofettsäureester- und Alkylsulfat-Pasten durch Zusatz von 1 bis 15 Gew.-% — bezogen auf den Tensidanteil — eines Anlagerungsproduktes von 1 bis 15 mol Ethylen- und/oder Propylenoxid an Alkohole mit 8 bis 40 Kohlenstoffatomen auf Werte unterhalb von 10 000 mPa·s bei 70°C herabgesetzt werden. Diese Druckschrift beschäftigt sich vor allem mit der Viskositätsreglung von alpha-Sulfofettsäureestersalz-Pasten. Untersuchungen haben jedoch gezeigt, daß der Zusatz der genannten Alkylenoxidaddukte zu Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten zwar bei hohen Temperaturen zu einer ausreichenden Verminderung der Viskosität führt, gleichzeitig kann es jedoch zu einer Verschlechterung der Detergenseigenschaften, insbesondere des Waschvermögens kommen. Zudem kann die Verwendung der Alkylenoxidaddukte bei der Sprühtrocknung der Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten zu einem erhöhten Produktaustrag und einer unerwünschten Belastung der Abluft mit organischer Fracht ("Pluming") führen.

Die Aufgabe der Erfindung bestand somit darin, ein Verfahren zur Herstellung von Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten mit verbesserten Fließeigenschaften bereitzustellen, das frei von den geschilderten Nachteilen ist.

40 Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten mit verbesserten Fließeigenschaften, das sich dadurch auszeichnet, daß man wäßrige Pasten von Alkyl- und/oder Alkenylsulfaten der Formel (I),



45 in der R<sup>1</sup> für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen und X für ein Alkali- oder Erdalkalimetall steht, die einen Feststoffanteil von 30 bis 70 Gew.-% aufweisen, mindestens ein nichtionisches Tensid ausgewählt aus der Gruppe, die gebildet wird von

- 50 a) Alkyl- und/oder Alkenylpolyethylenglycolether,  
b) Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycolether,  
c) Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycol-ethylenglycolether,  
d) Alkyl- und/oder Alkenylglykoside,  
e) Mischether und/oder  
55 f) Hydroxymischether

zusetzt, wobei sich eine Viskosität der Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten von höchstens 15 000 mPa·s bei 55°C einstellt.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren einzusetzenden ausgewählten Niotenside nicht nur die Viskosität von Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten auch schon bei niedrigen Temperaturen so stark herabsetzen, daß ein Umpumpen ohne die Gefahr der chemischen Zersetzung möglich wird, sondern auch die Fließanomalie beseitigen, was für die Auslegung von Förderpumpen und Förderstrecken für die Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten eine wesentliche Erleichterung darstellt. Die Erfindung schließt die Erkenntnis ein, daß der Zusatz der nichtionischen Tenside die Herstellung homogener Waschmittelslurries möglich macht. Das Wasch-, Spül- und Reinigungsvermögen der Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten wird im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens durch den Zusatz der nichtionischen Tenside nicht negativ beeinflusst. Schließlich kann ein Versprühen der Pasten ohne Plumingprobleme erfolgen. Hierzu haben sich insbesondere Polyethylenglycolether mit eingegrenzter Homologenverteilung als besonders vorteilhaft er-

wiesen.

Alkyl- und Alkenylsulfate stellen bekannte anionische Tenside dar, die nach den üblichen Methoden der präparativen organischen Chemie erhalten werden können. In der Regel werden sie durch die Umsetzung von gesättigten und/oder ungesättigten, aliphatischen primären Alkoholen mit Schwefeltrioxid hergestellt. Alkyl- und/oder Alkenylsulfate, auf die sich das erfindungsgemäße Verfahren erstreckt, leiten sich von Fettalkoholen mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen ab. Typische Beispiele hierfür sind Carpinalkohol, Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmitoleylalkohol, Stearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol oder Erucylalkohol. Eine besonders drastische Erniedrigung der Pastenviskosität wird bei Alkylsulfaten beobachtet, die sich von gesättigten Fettalkoholen mit 12 bis 18, insbesondere 16 bis 18 Kohlenstoffatomen ableiten.

Die Alkyl- und/oder Alkenylsulfate können sich ferner auch von technischen Alkoholschnitten ableiten, wie sie z. B. bei der Hydrierung von technischen Fettsäuremethylestergemischen natürlicher Herkunft oder von Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese anfallen. Bevorzugt sind hierbei Alkyl- und/oder Alkenylsulfate auf der Basis von technischen Kokos- oder Talgalkoholschnitten. Hierunter sind solche primären Fettalkohole zu verstehen, die im Durchschnitt die folgende C-Kettenverteilung aufweisen:

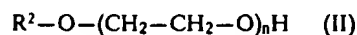
	Kokosalkohol	Talgalkohol
C <sub>10</sub> :	0— 3 Gew.-%	
C <sub>12</sub> :	48— 58 Gew.-%	
C <sub>14</sub> :	19— 24 Gew.-%	0— 3 Gew.-%
C <sub>16</sub> :	9— 12 Gew.-%	45— 55 Gew.-%
C <sub>18</sub> :	11— 14 Gew.-%	45— 55 Gew.-%
C <sub>20</sub> :		0— 3 Gew.-%

Unter nichtionischen Tensiden sind im Sinne der Erfindung

- Alkyl- und oder Alkenylpolyethylenglycolether,
- Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycolether,
- Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycol-ethylenglycolether,
- Alkyl- und/oder Alkenylglykoside,
- Mischether und/oder
- Hydroxymischether

zu verstehen. Bei allen diesen Tensiden handelt es sich um bekannte Verbindungen, deren Herstellung — sofern nicht anders angegeben — z. B. in J.Falbe, U.Hasserodt (ed.), "Katalysatoren", Tenside und Mineralöladitive, Thieme Verlag, Stuttgart, 1978 oder J.Falbe (ed.) "Surfactants in Consumer Products", Springer Verlag, Berlin, 1986 beschrieben ist.

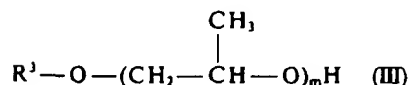
Als Alkyl- und/oder Alkenylpolyethylenglycolether (Komponente a) können im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens nichtionische Tenside eingesetzt werden, die der Formel (II)



folgen, in der R<sup>2</sup> für einen linearen oder verzweigten Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 2 bis 7 steht. Im Hinblick auf eine signifikante Viskositätsniedrigung der Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten, gute Detergenseigenschaften sowie eine besonders geringe Belastung der Abluft während der Sprühtrocknung hat es sich als optimal erwiesen, Alkylpolyethylenglycolether der Formel (II) einzusetzen, bei denen R<sup>2</sup> für einen linearen oder verzweigten Alkylrest mit 10 bis 18 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 2 bis 7, insbesondere 5 bis 7 steht.

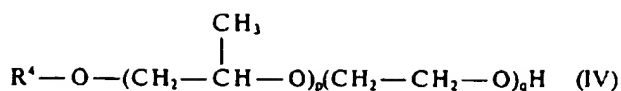
In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung können Alkyl- und/oder Alkenylpolyethylenglycolether der Formel (II) eingesetzt werden, deren Restalkoholgehalt, beispielsweise durch Destillation, auf einen Gehalt von weniger als 1 Gew.-% — bezogen auf das Niotensid — vermindert wurde.

Als Komponente b) kommen Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycolether der Formel (III)



in Betracht, in der R<sup>3</sup> für einen linearen oder verzweigten Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und m für Zahlen von 1 bis 4 steht. Bevorzugt ist der Einsatz von Alkylpolypropylenglycolether der Formel (II), in der R<sup>3</sup> für einen linearen Alkylrest mit 10 bis 18 Kohlenstoffatomen und m für Zahlen von 1 bis 3 steht.

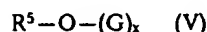
Als Komponente c) kommen Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycol-ethylenglycolether der Formel (IV)



in Betracht, in der  $\text{R}^4$  für einen linearen oder verzweigten Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $p$  für Zahlen von 1 bis 4 und  $q$  für Zahlen von 1 bis 10 steht. Bevorzugt ist der Einsatz von Alkylpolypropylen-glycol-ethylenglycolether der Formel (IV), in der  $\text{R}^4$  für einen linearen Alkylrest mit 10 bis 18 Kohlenstoffatomen,  $p$  für 1 oder 2 und  $q$  für Zahlen von 1 bis 7 steht.

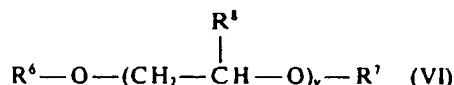
Die Alkylpolyglycolether, die die Komponenten a), b) und c) bilden, stellen Anlagerungsprodukte von Ethylen- und/oder Propylenoxid an native Fettalkohole oder synthetische Oxoalkohole dar. Da die Alkoxylierung eine statistische Reaktion darstellt, können die technischen Alkylpolyglycolether Homologe unterschiedlichen Alkoxyierungsgrades sowie nichtumgesetzten Fettalkohol enthalten. Im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens können sowohl homogenreine Alkylpolyglycolether als auch technische Gemische, sowohl mit breiter als auch eingegrenzter Homologenverteilung zum Einsatz gelangen.

Als Komponente d) kommen Alkyl- und/oder Alkenylglykoside der Formel (V)



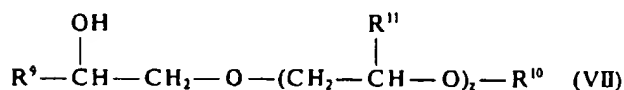
in Betracht, in der  $\text{R}^5$  für einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{G}$  für eine Glykose-Einheit, die sich von einem Zucker mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen ableitet und  $x$  für eine Zahl zwischen 1 und 10 steht. Die Alkyl- und/oder Alkenylglykoside können darüberhinaus noch herstellungsbedingt geringe Mengen, jedoch nicht mehr als 10 Gew.-% bezogen auf das Alkyl- und/oder Alkenylglykosid, Alkohol enthalten. Bevorzugt ist der Einsatz von Alkylglykosiden der Formel (V), in der  $\text{R}^5$  für einen Alkylrest mit 10 bis 18 Kohlenstoffatomen,  $\text{G}$  für einen Glucoserest und  $x$  für Zahlen von 1 bis 3, insbesondere 1,1 bis 1,6 steht. Zur Herstellung der Alkyl- und/oder Alkenylglykoside sei auf die deutsche Patentanmeldung DE 37 23 826 A1 verwiesen.

Als Komponente e) kommen Mischether der Formel (VI)



in Betracht, in der  $\text{R}^6$  für einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^7$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder einen Benzylrest,  $\text{R}^8$  für Wasserstoff oder eine Methylgruppe und  $y$  für Zahlen von 1 bis 10 steht. Bevorzugt ist der Einsatz von Mischethern der Formel (VI), in der  $\text{R}^6$  für einen Alkylrest mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^7$  für einen Butyl- oder Benzylrest,  $\text{R}^8$  für Wasserstoff und  $y$  für Zahlen von 4 bis 10 steht.

Als Komponente f) kommen Hydroxymischether der Formel (VII)



in Betracht, in der  $\text{R}^9$  für einen Alkylrest mit 6 bis 16 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^{10}$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder einen Benzylrest,  $\text{R}^{11}$  für Wasserstoff oder eine Methylgruppe und  $z$  für Zahlen von 1 bis 10 steht. Bevorzugt ist der Einsatz von Hydroxymischethern der Formel (VII), in der  $\text{R}^9$  für einen Alkylrest mit 8 bis 10 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^{10}$  für einen Butyl- oder Benzylrest,  $\text{R}^{11}$  für Wasserstoff und  $z$  für Zahlen von 4 bis 10 steht. Zur Herstellung der Hydroxymischether sei auf die deutsche Patentanmeldung DE 37 23 323 A1 verwiesen.

Die nichtionischen Tenside können den Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten einzeln oder aber auch in Kombinationen zugesetzt werden, wobei das Mischungsverhältnis über einen weiten Bereich variieren kann. Als besonders vorteilhaft hat sich beispielsweise der Einsatz einer Mischung enthaltend Polyglycolether, insbesondere Alkylpolyethylenglycolether, und Alkylglucoside im Gewichtsverhältnis 10 : 90 bis 90 : 10 bewährt, deren Gehalt an freiem Alkohol weniger als 1 Gew.-% — bezogen auf die Mischung — beträgt.

Um die Viskosität und die Fließgrenze der Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten zu erniedrigen, können die nichtionischen Tenside den Alkyl- und/oder Alkenylsulfaten in Mengen von 1 bis 15, vorzugsweise 5 bis 12 Gew.-% — bezogen auf den Feststoffanteil der Pasten — entweder während oder nach der Neutralisation zugesetzt werden. Im Hinblick auf die Verwendung der Alkyl- und/oder Alkenylpolyethylenglycolether (Komponente a) hat es sich als besonders vorteilhaft erwiesen, diese nichtionischen Tenside in Mengen von 5 bis 12, insbesondere 7,5 bis 10 Gew.-% — bezogen auf den Feststoffgehalt der Pasten — einzusetzen. Das Vermischen der Alkyl- und/oder Alkenylsulfate mit den nichtionischen Tensiden kann auf mechanischem Wege, beispielsweise durch Verrühren oder Umpumpen, gegebenenfalls bei Temperaturen von 55 bis 70°C erfolgen; eine chemische Reaktion zwischen den Komponenten findet nicht statt.

Die folgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung näher erläutern, ohne ihn darauf einzuschränken.

## Beispiele

## I. Herstellung der Alkylsulfatpaste (A)

In einem 1-l-Sulfitreaktor mit Mantelkühlung und Gaseinleitungsrohr wurden 600 g (2,3 mol) C<sub>16/18</sub>-Talgalkohol (Hydrenol® DD, Hydroxylzahl 215, Fa.Henkel KGaA) vorgelegt und bei T = 80°C mit 240 g (3 mol) Schwefeltrioxid umgesetzt. Das Schwefeltrioxid wurde durch Erhitzen aus einer entsprechenden Menge 65 gew.-%igen Oleums ausgetrieben, mit Stickstoff auf eine Konzentration von 5 Vol.-% verdünnt und innerhalb von 60 min in das Ausgangsprodukt eingeleitet. Das rohe Sulfatierungsprodukt wurde im Anschluß mit wäßriger 25 gew.-%iger Natronlauge neutralisiert und mit 1 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt, Citronensäure gepuffert.

## Kenndaten des Produktes

Anionensidgehalt:	49,8 Gew.-%
Unsulfierte Anteile:	4,0 Gew.-%
Natriumsulfat:	1,4 Gew.-%
Wasser:	44,8 Gew.-%

Der Anionensidgehalt und die unsulfierten Anteile wurden nach den DGF-Einheitsmethoden, Stuttgart, 1950 – 1984, H-III-10 bzw. G-II-6b ermittelt. Der Sulfatgehalt wurde als Natriumsulfat berechnet, die Bestimmung des Wassergehaltes erfolgte nach der Fischer-Methode.

## II. Viskosität von Talgalkylsulfat/Fettalkoholpolyethylenglycolether-Gemischen

Die Viskositäten der erfindungsgemäßen Mischungen (Beispiele 1 bis 3) sowie der Vergleichsmischungen (V1 bis V4) wurden in einem Brookfield-Viskosimeter Typ RVT (Spindel Nr. 6, Drehzahl 20) bei Temperaturen von 55 bis 75°C gemessen. Die Ergebnisse sind in Tab. 1 zusammengefaßt.

Tabelle 1

Viskositäten (Angabe in mPa · s)

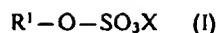
Bsp.	Additiv	Konz. Gew.-%	Temperatur (°C)		65	60	55
			75	70			
1	LT5	5,0	3500	3500	4500	7500	14 500
		7,5	2750	3000	3500	5500	12 000
		10,0	2250	2250	3250	3500	5250
2	LT7	5,0	3500	3500	4500	7500	14 500
		7,5	3000	3250	3750	5750	13 250
		10,0	3000	3250	3500	6500	11 000
3	LS3/LT5 (80 : 20)	5,0	3250	3500	4250	6000	12 500
		7,5	3000	3250	4000	4250	8000
		10,0	5550	6000	6000	4750	6250
V1	TA5	5,0	2750	3000	3500	5000	19 250
V2	TA7	5,0	3000	3000	4000	5500	38 750
V3	TA14	5,0	3000	3000	4000	6000	41 000
V4	TA20	5,0	3000	3500	4500	8000	47 500

## Legende:

- LT5 = Anlagerungsprodukt von durchschnittlich 5 mol Ethylenoxid an einen C<sub>12/18</sub>-Fettalkohol
- LT7 = Anlagerungsprodukt von durchschnittlich 7 mol Ethylenoxid an einen C<sub>12/18</sub>-Fettalkohol
- LS3/LT5 = Mischung eines Anlagerungsproduktes von durchschnittlich 5 mol Ethylenoxid an einen C<sub>12/14</sub>-Fettalkohol und eines Anlagerungsproduktes von durchschnittlich 5 mol Ethylenoxid an einen C<sub>12/18</sub>-Fettalkohol im Gewichtsverhältnis 80 : 20
- TA5 = Anlagerungsprodukt von durchschnittlich 5 mol Ethylenoxid an einen C<sub>16/18</sub>-Fettalkohol
- TA7 = Anlagerungsprodukt von durchschnittlich 7 mol Ethylenoxid an einen C<sub>16/18</sub>-Fettalkohol
- TA14 = Anlagerungsprodukt von durchschnittlich 14 mol Ethylenoxid an einen C<sub>16/18</sub>-Fettalkohol
- TA20 = Anlagerungsprodukt von durchschnittlich 20 mol Ethylenoxid an einen C<sub>16/18</sub>-Fettalkohol

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten mit verbesserter Fließfähigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß man wäßrige Pasten von Alkyl- und/oder Alkenylsulfaten der Formel (I),



in der  $R^1$  für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 10 bis 22 Kohlenstoffatomen und X für ein Alkali- oder Erdalkalimetall steht, die einen Feststoffanteil von 30 bis 70 Gew.-% aufweisen,

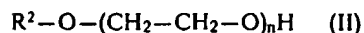
mindestens ein nichtionisches Tensid ausgewählt aus der Gruppe, die gebildet wird von

- a) Alkyl- und/oder Alkenylpolyethylglycoether,
- b) Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycoether,
- c) Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycol-ethylenglycoether,
- d) Alkyl- und/oder Alkenylglykoside,
- e) Mischether und/oder

f) Hydroxymischether zusetzt, wobei sich eine Viskosität der Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten von höchstens 15 000 mPa·s bei 55° C einstellt.

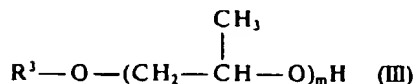
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Alkylsulfate der Formel (I) einsetzt, in der  $R^1$  für einen Alkylrest mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen und X für Natrium steht.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente a) Alkyl- und/oder Alkenylpolyethylenglycoether der Formel (II)



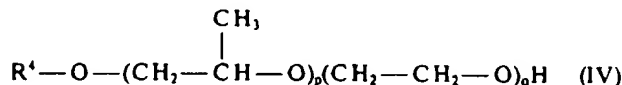
einsetzt, in der  $R^2$  für einen linearen oder verzweigten Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und n für Zahlen von 2 bis 7 steht.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente b) Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycoether der Formel (III)



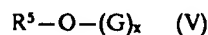
einsetzt, in der  $R^3$  für einen linearen oder verzweigten Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und m für Zahlen von 1 bis 4 steht.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente c) Alkyl- und/oder Alkenylpolypropylenglycol-ethylenglycoether der Formel (IV)



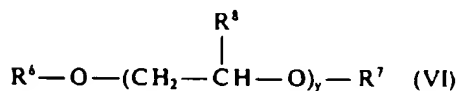
einsetzt, in der  $R^4$  für einen linearen oder verzweigten Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, p für Zahlen von 1 bis 4 und q für Zahlen von 1 bis 10 steht.

6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente d) Alkyl- und/oder Alkenylglykoside der Formel (V)



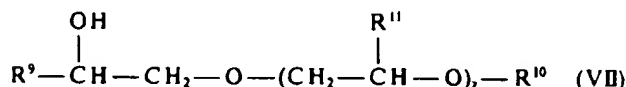
einsetzt, in der  $R^5$  für einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für eine Glykose-Einheit, die sich von einem Zucker mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen ableitet und x für eine Zahl zwischen 1 und 10 steht.

7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente e) Mischether der Formel (VI)



einsetzt, in der  $R^6$  für einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^7$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder einen Benzylrest,  $R^8$  für Wasserstoff oder eine Methylgruppe und y für Zahlen von 1 bis 10 steht.

8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente f) Hydroxymischether der Formel (VII)





einsetzt, in der  $R^9$  für einen Alkylrest mit 6 bis 16 Kohlenstoffatomen,  $R^{10}$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder einen Benzylrest,  $R^{11}$  für Wasserstoff oder eine Methylgruppe und z für Zahlen von 1 bis 10 steht.

9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die nichtionischen Tenside den Alkyl- und/oder Alkenylsulfat-Pasten in Mengen von 1 bis 15 Gew.-% — bezogen auf den Feststoffanteil — zusetzt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

— Leerseite —

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**